This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

•		
(ي	OMPACT AND POLISHING SURFACE TABLE AND POLISHING METHOD USING IT	(2)
Patent Number:	JP10264015	
Publication date:	1998-10-06	
Inventor(s):	KURAMOCHI TOSHIHITO; KUBOTA YOSHITAKA	
Applicant(s)::	TOSOH CORP	
Requested Patent:	□ JP10264015	
Application Number	- JP19970200394 19970725	
Priority Number(s):		
IPC Classification:	B24B37/04; C04B35/14	•
EC Classification:		
Equivalents:		
	Abstract	
method or better by respectively to spe SOLUTION: As a range of 0.2 g/cm/polished material, to obtain the smoother and a populs by the specific property of the specific pr	SOLVED: To reduce the problem of waste liquid and polish polished material efficiently to the same finished y setting the bulk density, BET specific surface area and average grain diameter of a polishing compact main cific numerial ranges. ange of bulk density of a polishing compact formed of silica containing a silica component at about 90 wt.% of angle of bulk density of a polishing compact formed of the polishing compact during polishing and to efficiently of the state of the specific surface area, a range of 10 m \$\leq\$ /g to 400 m \$\leq\$ /g is desirable to hold the shape the surface of the polished material. As a range of average grain diameter, a range of 0.001 μ m to 0.5 &m body and to obtain the smooth surface of the polished material. A polishing solution not containing free abrasical problem of waste liquid.	or more of the whole quantity, obtain the smooth surface of a of the polishing compact an urm is desirable to facilitate
	Data supplied from the esp@cenet database - 12	
	· ·	

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-264015

(43)公開日 平成10年(1998)10月6日

(51) IntCL*

B 2 4 B 37/04

C04B 35/14

識別記号

FΙ

B24B 37/04

C04B 35/14

(71)出算人 000003300

(72) 発明者

(72)発明者

審査請求 未請求 請求項の数13 OL (全 18 頁)

山口県新南陽市開成町4560番地

神奈川県横浜市たちばな合2-7-3

神奈川県相模原市東林間2-6-5

東ソー株式会社

人棄 铁倉

選田 吉孝

(21)出度番号

特惠平9-200394

(22)出旗日

平成9年(1997)7月25日

(31) 優先権主張番号 特顧平8-201975

(32) 優先日

平8 (1996) 7月31日

(33) 優先権主張国

日本(JP)

(31) 優先推主張番号 特顯平9-7688

(32) 昼先日

平9 (1997) 1 月20日

(33) 優先権主張国

日本(JP)

(31) 優先權主張番号 特顯平9-7689

(32) 任先日

平9 (1997) 1 月20日

(33) 優先権主張国

日本(JP)

研磨用成形体、それを用いた研磨用定盤及び研磨方法 (54) 【発明の名称】

(57)【要約】

【課題】シリコンウエハ―等の半導体基板、酸化物基板 などの基板材料や精密加工を要する光学材料などを研磨 する加工プロセスにおいて、遊離砥粒を含まないか少量 の游離砥粒を含む研磨液を使用することで廃液の問題を 軽減し、従来の方法と同程度以上の研磨仕上げで、被研 農材料を効率良く研磨でき、かつ研磨処理における研磨 用成形体の耐久性もあるために研磨作業を効率化できる 研磨用成形体、それを用いた研磨用定盤及び研磨方法を 提供する。

【解決の手段】 主としてシリカ (二酸化珪素) からな り、かさ密度が0.2g/cm³以上1.5g/cm³以 下、BET比表面積が10m²/g以上400m²/g以 下、かつ平均粒子径が0.001以上μm0.5μm以 下である研磨用成形体、それを用いた研磨用定盤及び研 磨方法を用いる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】主としてシリカ(二酸化珪素)からなり、かさ密度が0.2g/cm³以上1.5g/cm³以下、BET比表面積が10m²/g以上400m²/g以下、かつ平均粒子径が0.001μm以上0.5μm以下であることを特徴とする研磨用成形体。

【請求項2】請求項1に記載の研磨用成形体の積算総細 孔容積が0.3 c m³/g以上4 c m³/g以下であることを特徴とする請求項1記載の研磨用成形体。

【請求項3】請求項2に記載の研磨用成形体の細孔分布において、細孔径1μm以下である細孔の積算細孔容積が成形体の積算総細孔容積の80%以上であり、細孔径0.1μm以下である細孔の積算細孔容積が成形体の積算総細孔容積の10%以上であり、細孔モード径が0.01μm以上0.3μm以下であり、かつ細孔メジアン径が0.01μm以上0.3μm以下であることを特徴とする研磨用成形体。

【請求項4】請求項1ないし3のいずれかに記載の研磨 用成形体と付帯部品から構成されることを特徴とする研 廃用定盤。

【請求項5】請求項4に記載の研磨用定盤において、研 磨用成形体が2個以上配列されてなることを特徴とする 研磨用定盤。

【請求項6】請求項5に記載の研磨用定盤において、研 磨用成形体が研磨用定盤中の同心円の円周上に配置され てなることを特徴とする研磨用定盤。

【請求項7】請求項4ないし6のいずれかに記載の研磨 用定盤において、かさ密度が異なる2種以上の研磨用成 形体を有することを特徴とする研磨用定盤。

【請求項8】請求項7に記載の研磨用定盤において、研磨用成形体が以下の2グループから各々独立して選ばれた研磨用成形体を組み合わせてなることを特徴とする研磨用定盤。

グループI:かさ密度が0.7g/cm³以上1.5g/cm³以下

グループ II: かさ密度が0.2g/cm³以上<math>0.7gg/cm³未満

【請求項9】請求項4ないし8のいずれかに記載の研磨 用定盤において、研磨用成形体が円柱状及び/又は角柱 状であることを特徴とする研磨用定盤。

【請求項10】被研磨材料を請求項4ないし9のいずれかに記載の研磨用定盤を用いて研磨することを特徴とする研磨方法。

【請求項11】請求項10に記載の研磨方法において、 被研磨材料が基板材料であることを特徴とする研磨方 法。

【請求項12】請求項10又は請求項11に記載の研磨 方法において、基板材料が半導体基板又は酸化物基板で あることを特徴とする研磨方法。

【請求項13】請求項10ないし12のいずれかに記載

の研磨方法において、遊離砥粒を用いずに研磨して研磨 廃液の600nmにおける透過率が水の10%以上にす ることを特徴とする研磨方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、シリコンウエハー、酸化物基板等の基板材料や光学材料などを研磨する方法で使用される研磨用成形体、それを用いた研磨用定盤及び研磨方法に関するものである。更に詳しくは、シリカ超散粉末を成形したシリカ成形体を焼成等の加工を施して得られる研磨用成形体、それを用いた研磨用定盤及び研磨方法に関する。

[0002]

【従来の技術】従来よりシリコンウエハー、酸化物基板 などの基板材料等の研磨加工プロセスでは、材料の表面 にコロイダルシリカあるいは酸化セリウム等の遊離砥粒 を水酸化カリウム等の化学薬品に調合した研磨液を連続 的に流しながら不識布タイプやスウエードタイプ等のポ リッシングパッドで磨くことによって仕上げており、例 えば、特開平5-154760、特開平7-32659 7には種々の研磨剤と研磨布を用いてシリコンウエハー の研磨を実施することが開示されている。しかし、この ような方法による場合、遊離砥粒を含んだ研磨剤を使用 するために研磨処理後に大量の遊離砥粒を含有する研磨 廃液が生じ、その処理等については研磨処理の効率、廃 液処理の設備面、環境への影響を考慮すると改善される べきものであった。又、研磨処理において、研磨布は目 詰り等の性能劣化を生じるために新たなものへと取り替 える必要が生じ、研磨処理作業の効率化の面での課題も

【0003】さらに、従来の研磨布を用いた研磨方法により研磨された材料(以下、「被研磨材料」という)では、研磨布の表面が柔らかいために被研磨材料の端部の角が研磨中に研磨され過ぎ、被研磨材料の全面を一様に研磨できないという非効率的な仕上がりとなってしまう欠点があった。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】このように従来の方法により研磨加工を行なった場合、研磨中に生じる研磨廃液の処理の問題、被研磨材料の有効利用、研磨作業の効率といった問題が生じており、本発明はこのような問題点に鑑みてなされたものである。その目的はシリコンウエハー等の半導体基板、酸化物基板などの基板材料や精密加工を要する光学材料などを研磨する加工プロセスにおいて、遊離砥粒を含まないか少量の遊離砥粒を含む研磨液を使用することで廃液の問題を軽減し、従来の方法と同程度以上の研磨仕上げで、被研磨材料を効率良く研磨でき、かつ研磨処理における研磨用成形体の耐久性もあるために研磨作業を効率化できる研磨用成形体、それを用いた研磨用定盤及び研磨方法を提供することにあ

る.

[0005]

【課題を解決するための手段】本発明者らは上記課題を 解決するために鋭意検討を重ねた結果、シリカ超微粉末 を用いて成形したシリカ成形体を加工して研磨用成形体 として用いることで以下の知見を見出だした。

【〇〇〇〇】1)研磨の際に、研磨用成形体の表面が、その原料であるシリカ超散粉末により粗而となっており、これと被研磨材料とが直接接触するために、コロイダルシリカあるいは酸化セリウム等の遊離砥積を含まない研磨液を使用して基板材料等の研磨加工プロセスへの適用が可能となり、しかもその際に成形体の粒子の脱落が非常に少なくなり、廃液の問題が軽減される。

【〇〇〇7】2) 研磨用成形体の強度が高いために研磨 加工プロセスにおいても耐久性があり、そのため長期に 渡って取換え無しで研磨作業を実施できる。

【0008】3)研磨された被研磨材料の仕上がりが従来の方法と同程度以上であり、研磨速度の面でも同等であって、研磨性能の経時的な劣化が少ない。

【0009】4) たとえ遊離砥粒を含有する研磨剤を用いた場合でも、従来の方法よりも希薄な遊離砥粒濃度で研磨速度が向上する。

【0010】このように、本発明の研磨用成形体、それを用いた研磨用定盤及び研磨方法を用いることでこれらの優れた点を見出だし、本発明を完成するに至った。 【0011】以下、本発明を詳細に説明する

<研磨用成形体の特性>本発明の研磨用成形体は、主としてシリカ (二酸化珪素) からなり、かさ密度が0.2 g/c m³以上1.5 g/c m³以下、BET比表面積が10 m²/g以上400 m²/g以下、かつ平均粒子径が0.001 μ m以上0.5 μ m以下である。

【0012】主としてシリカとは、シリカ成分が全量の90重量%以上有するものが好ましく用いられ、例えば、その種類として、乾式法シリカ、湿式法シリカなどが例示できる。ここでいうシリカ成分とはシリカ含量を意味しており、実施例において示されるように、原料のシリカ粉末全量より水分を除いた残りの分を基準として計算され、不純分として灼熱含量、酸化物等がある。

【0013】研磨用成形体のかさ密度の範囲としては、研磨中における研磨用成形体の形状を保持し、効率的に被研磨材料の平滑な面を得るために0.2g/сm³以上1.5g/сm³以下の範囲が好まし、さらに0.4g/сm³以上0.9g/сm³以下の範囲が好ましい。かさ密度が0.2g/сm³を下回るとその形状を保てないほど形状保持性が悪くなるために研磨中に成形体自身が磨耗しやすくなり好ましくない。また、1.5g/сm³を上回ると、逆に成形体自身の強度が高くなり過ぎ、被研磨材料が研磨中に損傷したり、研磨により研磨用成形体の表面が滑らかになり過ぎて研磨速度が低下するため好ましくない。

【0014】研磨用成形体のBET比表面積の範囲としては、研磨中における研磨用成形体の形状を保持し、被研磨材料の平滑な面を得るために10m²/g以上400m²/g以下の範囲が好ましく、さらに10m²/g以上200m²/g以下、特に10m²/g以上100m²/g以下の範囲が好ましい。BET比表面積が400m²/gと越えると研磨用成形体の形状を保てないほど形状保持性が悪くなるために研磨中に成形体自身が磨耗しやすくなり好ましくない。また、10m²/gを下回ると、逆に成形体自身の強度が高くなり過ぎ、被研磨材料が研磨中に損傷したり、研磨により研磨用成形体の表面が滑らかになり過ぎて研磨速度が低下するため好ましくない。

【0015】研磨用成形体の平均粒子径の範囲としては、多孔体への成形を容易にし、被研磨材料の平滑な面を得るために0.001μm以上0.5μm以下、さらに0.01μm以上0.3μm以下、特に0.03μm以上0.2μm以下の範囲が好ましい。平均粒子径が0.001μmよりも小さくなると原料粉末の1次粒子径が0.001μmよりも小さくなり、多孔体に成形することが非常に難しくなるために実用に供しえなくなり、0.5μmよりも大きくなると被研磨材料に欠陥を生じる等の問題が生じることがあり好ましくない。ここでいう平均粒子径とは、研磨用成形体表面のシリカ微粒子の粒子径を意味しており、例えば実施例に記載の通り、走査型電子顕微鏡(SEM)などにより測定できる。

【0016】上記特性を有する研磨用成形体の積算総細孔容積は、研磨中における研磨用成形体の形状を保持し、被研磨材料の平滑な面を得るために0.3 c m³/g以上4 c m³/g以下であることが好ましい。また、研磨用成形体の細孔分布としては、細孔径1 μ m以下である細孔の積算細孔容積が研磨用成形体の積算総細孔容積の80%以上であり、細孔径0.1 μ m以下である細孔の積算細孔容積が成形体の積算総細孔容積の10%以上であり、細孔モード径が0.01 μ m以上0.3 μ m以下であり、細孔メジアン径が0.01 μ m以上0.3 μ m以下であることが好ましい。この理由としては、この範囲にあれば、研磨中において研磨用成形体の形状を保持し、さらに被研磨材料の平滑な面を得ることができるからである。

【0017】本明細書において、細孔モード径とは敞分 細孔分布において敞分値が最大となるところの細孔径を 意味し、また、細孔メジアン径とは積分細孔分布におい て積算総細孔容積の最小値と最大値の中央値に対応する 細孔径を意味する。なお、細孔モード径、細孔メジアン 径は休積基準である。

【0018】 <研磨用成形体の製造法>本発明の研磨用 成形体は、シリカ敞粒子を用いて成形されたシリカ成形 体を焼成等の加工処理により成形体としたものであり、 上記記載の特性を有するものであれば特に限定されるものではない。ここで、シリカ成形体は、例えば原料粉末に圧力をかけて成形することにより作製できる。圧力をかけて成形する場合、例えばプレス成形等の成形法が例示でき、その圧力条件としては、得られる成形体の形状を保持するために通常5kg/cm²以上の圧力が好ましく用いられ、さらに10kg/cm²以上の圧力が好ましく用いられる。

【0019】さらに、原料粉末の成形性を向上させるために原料粉末に処理を施しても良い。その処理の方法としては、例えばプレス成形などで予備成形した後、ふるい等を用いて分級する方法などが挙げられる。予備成形の際の圧力としては、粉末の性状等に左右され一定しないが、通常5kg/cm²以上1000kg/cm²以下で十分である。また、同様に原料粉末の成形性を向上させるため、スプレードライ法や転動法などにより造粒したり、バインダー、ワックス等を添加してもよい。

【0020】また、原料粉末よりシリカ成形体への成形性を向上させるために成形前に原料粉末へワックスやバインダーなどの有機物を添加する場合には、研磨用成形体への加工に際し、脱脂することが好ましい。脱脂の方法は特に限定されるものではないが、例えば大気雰囲気下での加熱による脱脂、又は窒素、アルゴン、ヘリウムなどの不活性雰囲気中での加熱脱脂などが挙げられる。この時の雰囲気ガスの圧力は加圧下又は常圧下、場合によっては減圧下であっても良い。また、同様に、成形性を向上させるために、水分を添加し、その後の焼成操作の前に乾燥させることもできる。

【0021】次に、バインダーを取り除いた成形体は、一般的には強度が脆くなっているため、その強度を上げ、研磨用定盤としての耐久性を向上させるために、代表的な方法として加熱による境成を行なうことが好ましい。しかし、耐久性を向上させる方法としては、加熱境成に限定されるものではない。

【0022】このようにシリカ成形体より研磨用成形体への加工方法としては、加熱脱脂、加熱焼成、機械加工等による方法が例示できるが、研磨用成形体として研磨作業に使用できる強度を付与できる加工方法であれば特に限定されるものではない。

【0023】<研磨用定盤の構成>次に、この研磨用成 形体を研磨用の定盤として組み込み、さらにこれを用い て研磨する方法について説明する。

【0024】まず、研磨用成形体と研磨用の付帯部品とを用いて研磨用定盤が形成される。

【0025】ここで、付帯部品とは研磨用定盤を構成する種々の材質、形状の構造体であり、この付帯部品に対して研磨用成形体を以下に示される手法により配置し、固定することで研磨用定盤が形成される。両者の固定の方法としては、弾性接着利等の接着利を用いて接着して固定する方法、付帯部品に凹凸を形成させ、その固定場

所へ埋め込む方法など、本発明の目的を達成できる方法 であれば制限なく用いることができる。

【0026】研磨用成形体を研磨用の付帯部品へ固定する際の研磨用成形体の個数については、1個又は2個以上用いればよく、さらに2個以上用いることが好ましい。この理由としては、1)研磨加工プロセスにおいて用いられる研磨液を研磨中に適切に排出することで研磨速度を向上させるためである。このため、研磨用成形体を2個以上用いて研磨用定盤を形成させた場合には、研磨用成形体の間の隙間より研磨液の排出ができる。また、1個を用いた場合には、成形体の研磨面の側に研磨液を排出できる適当な溝の構造を持たせることが好ましい。2)また、研磨用成形体を2個以上用いて研磨用定盤を形成させた場合には、被研磨材料への当たりが良くなり、被研磨材料全面の研磨速度に個りなく、効率よく研磨できるようになる。

【0027】用いられる研磨用成形体の形状は特に限定されるものではなく、研磨用成形体が研磨用の付帯部品へ装着できるものであればどのような形状のものも採用できる。例えば円柱状ペレットや、四角柱状ペレット、三角柱状ペレットなどの角柱状ペレット等を例示でき、さらには、被研磨材料との接触面が直線と曲線を組み合わせてできるあらゆる形状のものも例示できる。又、その大きさは通常用いられる範囲であれば特に限定されるものではなく、研磨用定盤中の研磨用成形体を組み込むための付帯部品の大きさに応じて決められる。

【0028】例えば、通常、付帯部品の大きさはその径 として200mm以上800mm以下程度のものが使用 されるが、研磨用成形体を1個用いる場合には、用いる 付帯部品の大きさよりも若干小さく、その中に収まる大 きさであれば良い。また、2個以上の研磨用成形体を用 いる場合には、使用する個数にもよるが、一辺が5mm 以上100mm以下の角程度の範囲内に収まる大きさで あることが実用上好ましい。例えば、円柱状ペレットで は直径5mm以上100mm以下、四角柱状ペレットで は一辺が5mm以上100mm以下の範囲となる。一辺 が5mm角の範囲よりも小さい場合でも研磨用定盤とし ての機能を十分に有するが、配列個数が非常に多くなっ て実用的でない場合があり、一辺が100mm角の範囲 よりも大きい場合にも研磨用定盤としての機能を十分に 有するが、研磨用成形体を2個以上配列する効果が小さ くなることがある。また、大きさについては、研磨用成 形体の研磨面の側に溝加工などを施せば、その好ましい 大きさを大きくして実施することもできる。

【0029】さらに、この研磨用成形体の厚さ、すなわち研磨用の付帯部品に対して垂直方向となる長さは特に限定されるものではないが、3mm以上20mm以下の範囲内であることが好ましい。この理由として、3mmより小さい場合には研磨用定盤としての機能を十分に有するが研磨加工の際の成形体の強度を考慮すると実用的

でないことがあり、厚さが20mmよりも大きい場合に は研磨用定盤としての機能を十分に有するが、研磨用定 盤としての大きさが大きくなり過ぎて実用的でないこと がある。

【0030】上記記載の研磨用成形体を配列する具体的な個数としては、研磨用成形体個々の大きさ、研磨用成形体を研磨加工プロセスで使用するために当然配列しなければならない場所(例えば研磨装置の回転定盤など)の大きさ等により一概に限定することはできないが、研磨用成形体を配列すべき場所の総面積に対する研磨用成形体を配列すべき場所の総面積に対する研磨用成形体を配列する研磨用成形体を1個を使用した場合とあまり変わらなくなり、研磨用成形体を1個を使用した場合とあまり変わらなくなり、研磨用成形体を2個以上配列して研磨用定盤とする効果が小さくなってしまう。この割合の下限値は特に限定されるものではないが、小さすぎると研磨用成形体の研磨面の総面積が小さくなったきでではないが、小さすぎると研磨用成形体の研磨面の総面積が小さくなったを意味しており、30%程度以上が実用的である。

【0031】さらに、研磨用成形体を研磨用定盤へ組み込む際の配列の仕方としては、研磨用成形体を研磨加工プロセスで使用できるために当然配列しなければならない場所(例えば研磨装置の回転定盤など)の全面にわたって偏りなく配列されていれば特に限定されるものではなく、ランダムであってもかまわないが、被研磨材料の研磨位置により研磨効率が影響されないようにするためには、研磨用定盤又は付帯部品の中心線に対して左右対称になるように配置することが好ましい。ここで、中心線とは、研磨用定盤又は付帯部品において、中心となる位置を決めておき、これを通過する任意の線を意味する。

【0032】例えば、この配置の具体的な態様を図によ り更に説明すると、図1には研磨用成形体として、2、 3、4、5、6で示される大きさの異なる5種類の円柱 状のペレットを研磨用成形体として用い、これらの定盤 へ装着例が挙げられている。図1においては、金属製定 盤1の中の外側部の同心円の円周上に最も大きな研磨用 成形休2を、次いで次に大きな研磨用成形休3をその内 側に、その後順次小さな成形体が配置されている。この 配列、順序については特に限定されるものではなく、例 えば、順序としては逆でもよく、又、これらを任意の順 序としてもよく、更に、大きさの異なる研磨用成形体を 同心円の円周上ではなく、任意の配列としても良い。こ れらの内、配列の設計の容易さから研磨用成形体を定盤 中に同心円上に配列することが好ましく、特に、同じ同 心円上には同じ大きさの研磨用成形体を配列することが 好ましい。又、研磨用成形体の大きさとしては図1の例 の5種ではなく、例えば1種類のものを2個以上配列さ せても良く、その配列についても、円周の数によるもの ではなく、研磨用成形体の研磨面が定盤が回転する際に 被研磨材料の研磨面をカバーできていさえすればよい。 【0033】又、図2には研磨用成形体として8で示される2個以上の同じ大きさの角柱状のペレットを用いた定盤へ装着例が挙げられており、金属製定盤7にこれらの研磨用成形体8が配置されている。これらの研磨用成形体の金属製定盤への配置において、一方向へ並べる配置をとっている以外は図1における場合と同様な態様、効果となる。

【0034】研磨用成形体を2個以上用いる場合、その種類については、かさ密度が2種以上の異なるものを用いることが好ましい。さらに、上記記載の特性を有する研磨用成形体を、以下に示すかさ密度が少なくとも2種以上の異なるものによりグループに分類し、これら2つのグループのものを組み合わせたものを用いることが好ましい。

[0035]

グループ I:かさ密度が 0.7g/cm³以上 1.5g/cm³以下

グループ I I:かさ密度が 0.2g/cm³以上 0.7 g/cm³未満

このようにグループ分けした理由は、シリカを主成分とする研磨用成形体からなる研磨用定盤の特性上、かざ密度の増加とともに研磨の実施に対する耐久性は向上するが、かざ密度が小さいシリカを主成分とする研磨用成形体は耐久性が必ずしも十分であるとはいえない場合があった。そこで、かざ密度が異なる成形体を用いて研磨用定盤の構造とすることにより、かさ密度が小さい場合においても耐久性を備えることができるようになったためであると思われる。しかしながら、このような推定は本発明をなんら拘束するものではない。

【0036】上記特徴を有する研磨用成形体を研磨用定盤として固定する際には、研磨用成形体の研磨面(研磨加工時に被研磨材料に接触する面、以下同じ)の総面積に対し、グループIの研磨面の面積が30%以上90%以下であることが好ましい。このとき、グループIIの研磨面の面積は必然的に総面積に対して10%以上70%以下となる。グループIの研磨面の面積の比率が全体に対して30%よりも小さくなると耐久性が不十分となることがあり、90%よりも大きくなると研磨速度の向上の効果が小さくなる場合がある。

【0037】本発明において用いられる研磨用成形体を 研磨用定盤として配置する際の配置方法の態様として は、上記記載の研磨用成形体の特性を有するものを組み 合わせるのであれば特に限定されるものではなく、例え ば、研磨用成形体の小片を組み合わせて一体化する方 法、大きな円板に埋め込む方法などが挙げられるが、か さ密度の異なる研磨用成形体からなる小片を組み合わせ て定盤として一体化することが最も容易である。ここ で、小片の形状としては、円柱状ペレット、角柱状ペレ ットなどが例示でき、その個々の小片の大きさ、外形と しては、同じであっても異なっても良いが、外形については同一である方が組み合わせが容易となるため、好ましい。

【0038】さらに、この小片の組み合わせ方法、すな わちその配置方法としては、特に限定されるものではな いが、グループ11の部分の周囲の一部を必ずグループ Lの部分で囲まれているように小片を組み合わせて定盤 として配置することがより好ましい。この理由として は、グループ11の部分の隣接位置の少なくとも一方を 必ずグループエの部分が位置することにより、相対的に 研磨加工の際の耐久性が小さいグループ11の部分に対 して協同的な役割を果たすことができるからである。そ の具体的な役割としては、グループ 1 1 の成形体は研磨 中その表面が徐々に磨耗し、その際に生じる微粒子が研 贈の際に研磨速度を向上させるために働き、さらにグル ープ1とグループ11の成形体が交互に配置されている ためにグループIIの成形体の磨耗速度をある程度抑え るものと思われる。しかしながら、このような推察は本 発明をなんら限定するものではない。

【0039】また、図3には研磨用成形体として円柱状のペレットを用いた定盤へ装着例が挙げられており、金属製定盤9に上記記載のかさ密度がグループIの特性を有する大きさの異なる5種の研磨用成形体10、11、12、13、14とグループIIの特性を有する大きさの異なる5種の研磨用成形体15、16、17、18、19が配置されている。これらの研磨用成形体は金属製定盤9に2個以上配置され、研磨加工の際に被研磨材料と研磨用成形体が直接接触できるようになっている。

【0040】ここで、図3においては、金属製定盤9の 中の外側部の同心円の円周上に最も大きな研磨用成形体 10及び15を、次いで次に大きな研磨用成形体11及 び16をその内側に、その後順次小さな成形体が配置さ れている。この順序は逆でもよく、また、これらを任意 の順序としてもよく、さらに、大きさの異なる研磨用成 形体を同心円の円周上ではなく、任意の配列としても良 い。この内、配列の設計の容易さから研磨用成形体を定 盤中に同心円の円周上に配列することが好ましく、特 に、同じ円周上には同じ大きさの研磨用成形体を配列す ることが好ましい。又、研磨用成形体の大きさとしては 図3の例の5種ではなく、例えば1種類の大きさのもの を2個以上配列させても良く、その配列についても、円 周の数によるものではなく、研磨用成形体の研磨面が定 盤が回転する際に被研磨材料の研磨面をカバーできてい さえすればよい.

【0041】又、図4には研磨用成形体として角柱状のペレットを用いた定盤へ装着例が挙げられており、金属製定盤20にグループIの特性を有する大きさの同じ研磨用成形体21とグループI1の特性を有する大きさの同じ研磨用成形体22が配置されている。これら研磨用成形体は、研磨用成形体の金属製定盤への配置におい

て、一方向へ並べる配置をとっている以外は上記の図3 における説明と同様な態様、効果となる。

【〇〇42】このような研磨用成形体を2個以上研磨用 定盤へ配列させる場合には配置された研磨用成形体の研 磨面を被研磨材料の形状に合うように整えることが望ま しい。この場合、付帯部品についてその形状に合ったも のを選択しても良い。例えば、被研磨材料表面が平坦な 場合にはその研磨用成形体の被研磨材料との接触面を平 坦化することが望ましく、曲面状の場合にはそれに合っ た山面状とすることが望ましい。これは、得られた研磨 用定盤を用いて研磨加工する際に、被研磨材料と研磨用 成形体が直接接触できるようになっているため、その接 触面を多く取ることができるようにするためである。 特 に平坦化する場合は、研磨用定盤からの垂直方向の高 に対してばらつきがないように配置することが好まし

【0043】実際の研磨加工プロセスにおいては、金属製定盤と共に研磨用成形体が被研磨材料に対して適切な圧力により押しつけられ、回転しながら研磨される部分の加工を実施することとなる。従って、研磨用成形体の金属製定盤における配置においては、上記記載のようにグループIの特性を有する研磨用成形体が、グループIIの特性を有する研磨用成形体が研磨加工の際の耐久性を補助できるように、グループIIの研磨用成形体の隣接位置の少なくとも一方を必ずグループIの部分が位置しており、被研磨材料の研磨面を研磨用成形体が回転によりカバーできるような配置となっていれば良い。

【0044】研磨用成形体と金属製定盤との固定方法については、接着剤により固定したり、金属製定盤に研磨用成形体の大きさに対応した凹凸面を施し、研磨用成形体を固定しても良い。接着剤を用いて研磨用成形体と金属製定盤とを固定する場合に用いられる接着剤は本発明の目的を達成できるものであれば特に制限なく用いることができ、特に、弾性接着剤のような、研磨用成形体を定盤へ接着固定する際に生じることがあるひび、割れ等がない接着剤を用いることが好ましい。

【0045】 < 研磨用定盤を用いた研磨方法>このようにして研磨用定盤に研磨用成形体を組み込むわけであるが、本発明の研磨用定盤を用いて研磨する方法においては、定盤として研磨加工プロセスにおいて使用されるものであれば、その形状、研磨条件、研磨液等の使用等については特に限定されるものではない。例えば、研磨液を使用する場合には、従来より用いられてきた研密液を用いることで良く、例えば水酸化カリウム水溶液のようなアルカリ水溶液などを用いることができる。ここで研磨用定盤とは、組み込まれた研磨用成形体が被研磨材料に対して直接接触して研磨するために用いられ、研磨材料を研磨できる性能を有しておれば良い。従って、その形状としては、被研磨材料と同じ形状を有するだけでな

く、必要に応じて非平面の形状を有していても良い。例 えば、平板状、円盤状、リング状、円筒状等を挙げるこ とができる。

【0046】また、本発明の研磨方法においては研磨布 を用いないため、研磨中に従来の方法において見られ た、研磨布の性能劣化によるその取換え等による研磨作 業の中断については、木発明の研磨用成形体を用いるこ とで耐久性が向上し、取り替え頻度を減少できるため研 磨作業の効率化が達成できるという利点を有している。 さらに、従来の研磨剤による方法において生じる遊離砥 粒を含んだ研磨廃液については、本発明の研磨用成形体 を用いることで遊離砥粒を用いなくなるか少量用いるだ けであるため、研磨廃液中の遊離砥粒や研磨により生じ た粒の量が少なくなり、廃液処理の問題が軽減される。 例えば、研磨廃液に対して光を照射した場合の透過率が 従来の方法におけるものよりも高くなることで、研磨廃 液中に不要となった粒の混入量が少なくなることが確認 できる。このような研磨廃液の問題を考慮すると、研磨 廃液の600mmにおける透過率が水の10%以上、さ らに40%以上にすることが特に好ましく、このような 廃液の透過率となるような研磨液を用いることが望まし

【0047】木発明の耐磨用定盤は、シリコンウエハー、ガリウムリン、ガリウム砒素等の半導体基板、二オブ酸リチウム、タンタル酸リチウム、ホウ酸リチウム等の酸化物基板、石英ガラス基板などの基板材料、石英ガラス、金属材料、建築分野等に使用される石材等の研磨に有用である。この内、従来の研磨布を用いた方法に比べ面だれがないために研磨された材料を有効にできることもあり、基板材料に好ましく用いられる。特に、シリコンウエハー等の半導体基板材料のようにエッチングできる材料に対して、本発明の研磨方法と組み合わせることで、より速く研磨でき、有用である。

[0048]

【実施例】以下、本発明を実施例を用いて更に詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。 なお、各評価は以下に示した方法によって実施した。

【0049】~シリカ含量~

シリカ粉末の水分量、灼熱減量(Loss on Ignition、以下、「Igロス」という)と、Al2O₃、Fe₂O₃、TiO₂、CaO、MgO及びNa₂Oを以下に示す方法により測定した。そして、シリカ粉末の全量より水分量を除いた残り分の重量(不含水量)をもとに、これよりIgロス、Al₂O₃、Fe₂O₃、TiO₂、CaO、MgO及びNa₂Oの合計重量を差し引いた重量をシリカ含量とし、重量%にて求めた。

【0050】水分量は、シリカ粉末を105℃、2時間の加熱処理による処理前後の重量変化より求めた。 【0051】 I g ロスは、シリカ粉末を105℃、2時 間加熱して水分を取り除いた試料を基にし、さらに100℃で加熱処理し、その処理前後の重量変化より求めた。

【0052】 $A1_2O_3$ 、 Fe_2O_3 、 TiO_2 、CaO、 $MgO及びNa_2Oの量は、シリカ粉末を<math>105$ ℃、2時間加熱して水分を取り除いた試料を基にし、これを溶解させた後、ICP法で測定して求めた。

【0053】〜粉末かさ密度〜

JIS-K-5101のみかけ密度試験方法の静置法に準拠し、シリカ粉末を目開き0.50mmのふるいを通して分散落下させ、30.0m1のステンレス製シリンダに受け、山盛りになったところで直線状へらですり切り、シリンダ内の重量を測定し、次式(1)により求めた。

[0.054]E=W/30 (1)

式中、Eは粉末かさ密度(単位はg/m1)、Wはシリング内粉末重量(単位はg)、30はシリング内容積(単位はm1)であり、粉末かさ密度の単位は以下に示す表においては、g/1に換算する。本明細書においては、測定したみかけ密度を粉末かさ密度として表記した。

【0055】~BET比表面積~

粉末の場合はそのまま、成形体の場合は砕いた後、MONOSORB (米国QUANTACHROME社製)を用い、BET式1点法により測定した。

【0056】~粉末の平均粒子径~

シリカ超敞粉末をサンプルとし、COULTER LS 130 (COULTER ELECTRONICS社 製)を用いて液体モジュールで測定した。測定値は体積 基準である。

【0057】~かさ密度~

100mm×100mm×15mm(厚さ)の平板状試料を作製し、成形体のサンプルとした。このサンプルを電子天秤で測定した重量と、マイクロメーターで測定した形状寸法とから算出した。

【0058】~平均粒子径~

研磨用成形体の一部の面を平坦に調整し、その面を走査型電子顕微鏡 I S I D S - 130 (明石製作所製)で観察し、シリカ粒子部分のみを考慮してインタセプト法により求めた。

【0059】~圧縮強度~

JIS-R-1608に準拠し、10mm×10mm× 5mm (厚さ)の研磨用成形体の試験片を、島津オート グラフIS-10T (島津製作所製)を用い、クロスへ ッド速度0.5mm/分で負荷を加えて測定した。

【0060】~細孔構造~

細孔構造として、細孔容積、細孔分布、細孔モード径、 細孔メジアン径を測定した。すなわち、研磨用成形体 を、水銀ボロシメーター(島津製作所製、ポアサイザ9 320)を用い、水銀圧入法により0から270MPa

の圧力範囲で測定した。水銀ポロシメーターで得られる 測定値は、水銀に圧力を掛けて気孔を有する成形体サン プル中に水銀を圧入し、圧力と浸入した水銀の積算容積 の関係から得られる。すなわち、ある直径を有する細孔 に水銀が入るためにの圧力は、Washburnの方程 式があり、この式を用いることにより、圧力と浸入した 水銀の積算容積の関係が細孔の直径とその直径よりも大 きな直径を有する細孔に浸入した水銀の容積の関係とし て求めることができる。そして、この浸入した水銀の容 積は水銀の密度で除することにより、その細孔径よりも 大きな細孔の容積を示す。この気孔径と気孔容積の関係 は、通常水銀の表面張力、接触角や測定装置の構造から くる水銀頭などの必要な補正がなされる。このように水 銀ポロシメーターで得られた細孔径と細孔の積算容積の 関係からその値を求めることができる。なお、細孔モー ド径は微分細孔分布における微分値が最大となるところ の細孔径を意味し、細孔メジアン径は種分細孔分布にお ける積算総細孔容積の最小値と最大値の中央値に対応す る細孔径を意味する値であり、体積基準の値を示した。 【0061】~研磨試験~

実施例1ないし9については、直径280mm、厚さ15mmの研磨用成形体の平板状試験片を作製し、成形体の表面を平坦に整えた後、小型平面研磨装置FPM-30(コバル電子製)の金属製定盤に装着した。これを定盤回転数50rpm、定盤への被研磨材料の押圧力580g/cm²の条件のもとで、被研磨材料としてシリコンウエハー(20mm×20mm角)を用い、研磨液として30℃の水酸化カリウム水溶液(pH=12)を用いて、研磨液を150ml/時間の速度で滴下して研磨した。研磨後、シリコンウエハーの表面を顕微鏡(OLYMPUS製、型式:BH-2)で観察した。評価に際しては、極めて平滑でスクラッチ等のない良好な面である場合を○、平滑にもならずに研磨加工できない場合を×、とした。

【0062】実施例10ないし16については、直径25mm、厚さ5mmの成形体の円柱状試験片を作製し、高速レンズ研磨装置の回転定盤(直径360mm)に96個装着し、成形体の表面を平坦に整えた(図1の円柱状ペレットの装着例に準ずる。)。これを定盤回転数100rpm、定盤への被研磨材料の所定の加工圧力のもとで、被研磨材料として直径3インチのタンタル酸リチウム基板を6枚同時に用い、研磨液として水酸化カリウム水溶液(液温:25℃、pH=12)を用いて、研磨液を100m1/分の速度で滴下して循環使用しながら、表3に示される条件にて研磨した。研磨後、タンタル酸リチウムの表面を顕微鏡(OLYMPUS製、型式:BH-2)で観察した。評価に際しては、極めて平

滑でスクラッチ等のない良好な面である場合を○、平滑にもならずに研磨加工できない場合を×とした。また、研磨試験前後のタンタル酸リチウム基板の厚さをダイアルゲージで測定することにより研磨速度を算出した。

【0063】実施例17については、市販のコロイダルシリカ(フジミインコーボレーテッド製、COMPOL80)をシリカ(二酸化珪素)含有量4重量光となるように調製した研磨液(液温:25℃、pH=12)溶液を用い、上記記載の実施例10ないし16と同様な操作を実施し、評価した。

【0064】実施例18については、実施例17に記載の市販のコロイダルシリカの含有量を8重量%とした以外は実施例17と同様な操作を実施し、評価した。

【0065】実施例19ないし23については、直径2 5mm、厚さ5mmの成形体の円柱状試験片を各実施例 でそれぞれ2種類作製し、成形体の表面を平坦に整えた 後、小型平面研磨装置FPM-30(コパル電子製)の 金属製定盤にグループIIの成形体の隣接位置の少なく とも一方にグループ1の成形体が位置するような図1に 示されるような配置により装着して、研磨用定盤とす る。以下に示す表2には、使用したグループ I 及び I I の研磨用成形体の各々の個数が示されている。これを定 盤回転数50 г р m、定盤への被研磨材料の加工圧力1 50g/cm²の条件のもとで、被研磨材料としてニオ ブ酸リチウム(20mm×20mm角)を用い、研磨液 として30℃の水酸化カリウム水溶液(pH=12)を 用いて、研磨液を150m1/時間の速度で滴下して研 磨した。研磨後、ニオブ酸リチウムの表面を顕微鏡(○ LYMPUS製、型式:BH-2)で観察した。評価に 際しては、極めて平滑でスクラッチ等のない良好な面で ある場合を○、平滑にもならずに研磨加工できない場合 を×とした。

【0066】~表面精度~

研磨処理後の被研磨材料の表面精度をJIS-B-06 01に準拠して、万能表面形状測定器SE-3C(小坂研究所製)を用いて評価した。評価は中心線平均粗さ (Ra)及び最大高さ(Rmax)をカットオフ値0. 8mm以上、測定長さ2.5mmの条件で実施した。ここで、Raとは、中心線平均粗さを意味し、粗さ曲線からその中心線の方向に測定長さ(1で表す)の部分を抜き取り、この抜き取り部分の中心線をX軸、縦倍率の方向をY軸とし、粗さ曲線をy=f(x)で表したとき、次式(2)によって求められる値をマイクロメーター(μm)単位で表したものである。

[0067]

【数1】

$$Ra = (1/L) \int_{0}^{L} |f(x)| dx$$
 (2)

【0068】又、Rmaxとは、最大高さを意味し、断 面曲線から基準長さだけ抜き取った部分の平行線に平行 な2直線で抜き取り部分を挟んだとき、この2直線の間 隔を断面曲線の縦倍率の方向に測定して、この値をマイ クロメーター(μm)単位で表したものである。

【0069】~原子間力顕微鏡(AFM)による表面組 さの測定~

表面精度の評価に示される表面担さをさらに精度良く測定するために、研磨処理後のタンタル酸リチウム基板の表面粗さを原子間力顕微鏡(AFM)SPI3600(SII社製)を用い、コンタクトモードによる斥力測定法により測定した。測定はタンタル酸リチウム基板上の2μm×2μmの範囲を3領域ずつに任意に測定して平均化し、中心線平均組さ(Ra)にて評価した。

【0070】~面だれの測定~

単結晶インゴットをワイヤーソーで切断し、両面ラップをしたタンタル酸リチウム基板を研磨した。図9は、研磨を実施しなかったものであり、図10は実施例10において、図11は比較例5において、研磨を実施したものである。これらの研磨試験後のタンタル酸リチウム基板を破断而方向から走査型電子顕微鏡1S1 DS-130(明石製作所製)で観察し、面だれを調べた。

【0071】~成形体の耐久性~

直径280mm、厚さ15mmの研磨用成形体の平板状 試験片を作製し、作製したシリカ成形体の研磨試験を維 続的に行い、1時間毎に成形体を取り出してその表面状態を目視にて観察し、ひび、割れ、欠け等の破損の有無 を観察した。評価に際しては成形体の破損が生じるまで の時間を調べた。

【0072】<研磨用成形体の製造・評価> 実施例1

表1に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料物末を、圧力50kg/cm²にて油圧プレス機を用いてプレス成形して直径280mmのシリカ成形体を得、これを焼成炉(光洋リンドバーグ社製、型式:51668)にて900℃で2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを前記記載の評価方法により評価した。表2には得られた結果として、研磨用成形体のかさ密度、BET比表面積、平均粒子径、圧縮強度、細孔容積の測定値、細孔径分布、モード径、メジアン径、得られた研磨用成形体による研磨試験結果、表面精度測定結果および耐久性試験結果を示す。

【0073】 【表1】

			-1-10-101	त्वर स्ट्रेट (वर्ग	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	比較例
評価内名	:	災施例	実施例	実施例	4	5	6_	7	8	9	
			95	93	93	93	96	93	96	93	99
<u>シリカ合鼠(5</u>	食量%)	94		- 30	5	7	5	7	5	7	_
不純物	水分	6_	5		_			5. 8	3. 0	5. 8	
	iguz	4.9	5. 8	5. 8	5, 8	5. 8	3. 0				
Ì	A1202	0. 55	0. 52	0. 48	0. 52	0. 61	0. 44	D. 61	0. 44	0. 48	
1			0. 05	0. 06	0. 05	0. 04	0. 05	0. 04	0. 05	0. 06_	0.0002
. 1	Fe ₂ O ₃	0.04	_				0. 07	0. 07	0. 07	0.06	_
	TiO2	0.09	0.08	0. 06	0.08	0. 07				0. 02	
	CaO	0. 02	0. 02	0. 02	0. 02_	0. 02	0. 02		0. 02		
	MgO	0, 01	0. 01	0. 01	0. 01	0. 01	0. 01_	0.01	0.01	0. 01	
				0. 53	Q. 43	0.48	0. 38	0. 48	0. 38	0. 53	
	Na ₂ O	0.41	0. 43				40	52	40	25	55
粉末かさ密度	(g/L)	70_	80	25	80	52			172	227	202
	(m^2/g)	159	37	227	37	132	172	132		20	
THE PARTY OF THE P	μ m)	26. 2	5. 2	7.1	5. 2	6. 2	6. 1	6. 2	6. 1	1.1	46. 6

【表2】

[0074]

評価内容	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例 5	実施例	実施例 7	実施例 8	実施例 9	比較例	比較例 2
かさ密度	0. 38	0, 60	0. 44	0.71	0. 53	0. 73	0. 81	1. 04	1. 16	1. 78	
(g/cm³) 矩下比表的场	138	25	112	23	46	55	51	31	12	2	_
(m ² /g) 平均拉干体	0. 022	Q. 109	0. 026	0, 111	0. 059	0. 050	0. 053	0. 088	0. 227	-	_ _
(八田) 江稲敦度	57	46	68	125	48	105	177	356	348		-
(kg/cg²) 積分細孔容積	2. 26	1. 15	1. 58	0. 92	1. 39	0. 91	0. 66	0. 50	0. 37	0. 11	
(cm³/g) 	96	99	99	99	98	98	93	95	81	-	
(%) 0.1µm以下 (%)	71	15	- 86	20	44	77	56	65	37		
モー ド征 (北加)	0. 041	0. 155	0. 032	0. 193	0. 119	0. 045	0. 028	0. 039	0. 066		
メジアン怪 (μm)	0. 061	0. 148	0. 043	0. 160	0. 118		0. 048	0. 067	0. 172		
研磨試験結果	0	0	0		0	0	0		Q	×	
中心線平均粗音 (Ra)	0. 006	0. 008	0. 006	0. 008	0. 006	0. 006	0. 006	0. 006	0. 006		0. 006
(Raz) 最大高さ (Rirax)	0. 04	0. 04	0. 04	0. 04	0. 04	0. 04	0.04	0. 04	0.04		0. 04
耐久試験結果	20	60	40	90	60	80	>90	>90	>90	>90	<u> </u>

【〇〇75】実施例2

表1に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末にパラフィンワックス(日本精蝋製、SP-0145)を原料粉末:パラフィンワックス=4:1の休積比で混合した後、150℃に30分間加熱し更に混合し混合粉末とした。これを圧力100kg/cm²にて油圧プレス機を用いてプレス成形して直径280mmのシリカ成形体を得た。これを400℃、1.5kg/cm²、窒素中で加圧脱脂炉(ネムス製)を用いて加圧脱脂した後、焼成炉にて900℃で2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表2に示した。

【0076】実施例3

表1に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末にパラフィンワックス(日本精蝋製、SP-0145)を原料粉末:パラフィンワックス=4:1の体積比で混合した後、150℃に30分間加熱し更に混合し混合粉末とした。これを圧力100kg/cm²にて油圧プレス機を用いてプレス成形して直径280mmのシリカ成形体を得た。これを実施例2と同様の操作により研磨用成形体を得、同様に評価し、表2に示した。

【0077】実施例4

表1に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末に、添加物としてアクリル系パインダー(中央理化工業製、リカボンドSA-200)及びステアリン酸エマルジョン(中京油脂製、セロゾール920)を原料粉末:アクリル系パインダー(固形分換算):ステアリン酸エマルジョン(固形分換算):水分=100:17:1:251の重量比で混合してスラリー化した。このスラリーをスプレードライヤー(大川原化工機製、型式:LT-8)を用いて遺粒粉末を調製し、油圧プレス機を用いてプレス成形(圧力:100kg/cm²)し

て直径280mmに成形してシリカ成形体を得た。これを400℃、1.5kg/cm²、窒素中で加圧脱脂炉を用いて加圧脱脂した後、焼成炉にて950℃で2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表2に示した。

【0078】実施例5

表1に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、圧力50kg/cm²にて油圧プレス機を用いて予備成形した後に32メッシュのステンレス製ふるいにより分級して、成形用の原料粉末とした。これを圧力100kg/cm²にて油圧プレス機を用いてプレス成形して直径280mmのシリカ成形体を得、これを焼成炉にて900℃で2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表2に示した。

【0079】実施例6

表1に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、圧力30kg/cm²にて油圧プレス機を用いて予備成形した後に32メッシュのステンレス製ふるいにより分級して、成形用の原料粉末とした。これを圧力100kg/cm²にて油圧プレス機を用いてプレス成形して直径280mmのシリカ成形体を得、これを焼成炉にて975℃で2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表2に示した。

【0080】実施例7

表1に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、圧力50kg/cm²にて油圧プレス機を用いて予備成形した後に32メッシュのステンレス製ふるいにより分級して、成形用の原料粉末とした。これを圧力100kg/cm²にて油圧プレス機を用いてプレス成形して直径280mmのシリカ成形体を得、これを焼

成炉にて975℃で2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表2に示した。

【0081】実施例8

表1に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、実施例6と同様の操作を実施してシリカ成形体を得、これを焼成炉にて1000℃で2時間境成して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表2に示した。

【0082】実施例9

表1に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、圧力30kg/cm²にて油圧プレス機を用いて予備成形した後に32メッシュのステンレス製ふるいにより分級して、成形用の原料粉末とした。これを圧力100kg/cm²にて油圧プレス機を用いてプレス成形して直径280mmのシリカ成形体を得、これを焼成炉にて1000℃で8時間境成して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表2に示した。

【0083】比較例1

表1に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、圧力10kg/cm²にて油圧プレス機を用いてプレス成形して直径280mmのシリカ成形体を得、これを焼成炉(モトヤマ製、型式:SUPER-C)にて1300℃で2時間焼成して成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価した。表2には得られた結果として、シリカ成形体のかさ密度、BET比

表面積、細孔容積の測定値と、得られた成形体による研 磨試験結果、耐久性試験結果を示す。

【0084】比較例2

スウエード系ポリッシングパッド(フジミインコーポレーテッド製、SURFIN 018-3)を小型平面研磨装置EPM-30(コパル電子製)の金属製定盤に貼付し、定盤回転数50rpm、定盤への被研磨材料の押圧力580g/cm²の条件のもとで、被研磨材料としてシリコンウエハーを用い、又、研磨剤として市販のコロイダルシリカ(フジミインコーポレーテッド製、COMPOL80)をシリカ(二酸化珪素)含有量10重量 %となるように調製した研磨液(液温:30℃、pH=12)を用いて、150m1/時間の速度で滴下して研磨した。表2には得られた結果として、表面精度測定結果を示す。

【0085】以上の実施例1~9と、比較例1及び2の結果から、本発明の研磨用成形体を用いて研磨を実施することで、研磨加工に適用できる研磨用成形体が得られ、しかも従来の研磨方法により得られるものと同程度の被研磨材料の表面精度であることが判った。

【0086】実施例10

表3に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、実施例2と同様の操作を実施して、研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表4、5に示した。

[0087]

【表3】

70.00		 	実施例	曳施例	実施例	実施例	実施例	実施例	契施例	実施例	比較例
評価内容	<u>\$</u>	10	11	12	13	14	15	16	- 1/	18	
シリカ含量(且量(3)	95	94	93	93	96	93	93	99	93	93
不純物	水分	5	6	5	7	5	7	7		5	5
A 84.40	1gD	5.8	4.9	5. 8	5. 8	3. 0	5. 8	5. 8		5. 8	5.8
	Λ1 ₂ 0 ₃	0. 52	0. 55	0. 52	0. 61	0. 44	Q. 48	0. 48	-	0. 52	0. 52
			0. 04	0. 05	0. 04	0, 05	0.06	0.06	0. 0002	0, 05	0. 05
	Fe ₂ O ₃	0. 05			0, 07	0. 07	6. 06	0. 06	_	0. 08	0. 08
	TiO2	0. 08	0. 09	0. 08		0. 02	0. 02	0. 02		0. 02	0. 02
	CaO	0. 02	0. 02	0. 02	0. 02	0. 01	0.01	0. 01		0. 01	0. 01
	MgO	0. 01	0, 01	0. 01	0. 01			0. 53		0. 43	0. 43
	Na ₂ 0	0. 43	0, 41	0. 43	0. 48	0. 38	0. 53				80
粉末かさ密度	(g/L)	80	70	80	52	40_	25	25	55	80	
	(π^2/g)	37	159	37	132	172	227	227	202	37	37
****	(μm)	5. 2	26, 2	5. 2	6. 2	6. 1	7. 1	7. 1	46. 6	5, 2	5. 2

[0088]

【表4】

	Car He mi	ela He hal	क्षा सिंह <i>वि</i> व	実施例	実施例	実施例	実施例	H龄例	比較例	実施例	吳施例	比較例
	冥施例	実施例	実施例	美加盟 の13	14	15	16	3	4	17	18	5_
かさ格度 (g/cm³)	0. 60	0, 38	0, 71	0. 81	1. 04	1, 16	0. 44	1. 78	-	0. 71	a. 71	
BET比表面模 (m²/g)	25	138	23	51	31	12	112	2	_	23	23	
平均粒子链 (zm)	0, 109	0. 022	0. 111	Q. 053	0. 088	0. 227	0. 026	-		0.111	0. 111	
任編強度 (kg/cu ²)	46	57	125	177	356	348	68	-		125	125	
(cn3/4)	1. 15	2. 28	0, 92	0. 66	0. 50	0. 37	1. 58	0.11		0. 92	0. 92	
									\$			
1 // 电以下	99	96	99	93	96	81	99			99	99	
(%) 0. 1 μm以下	99 15	96 71	99 20	93 66	96 65	37	99 86	_	_	20	20	
(%) 0. 1μm以下 (%) モード係								-	<u>-</u> -			-
(%) 0.1 μm以下 (%) モード径 (はm) メジアン径	15	71	20	66 Q 028 Q 048	65	37 0. 066 0. 172	86 0. 032 0. 043	-	_	20 0. 193 0. 160	20 0. 193 0. 160	1
(光) O. 1 ルの以下 (学) モード係 (注の) メジアン係 (北の)	15 0. 155	71 0, 041	20 0, 193	66 0. 028	65 0. 039	37 0, 066	86 0. 032	- - - x		20 0, 193	2 0 0. 193	-
(%) 0.1 μm以下 (%) モード径 (はm) メジアン径	15 0. 155 0. 148	71 0. 041 0. 061	20 0, 193 0, 160	66 Q 028 Q 048	65 0. 039 0. 067	37 0. 066 0. 172	86 0. 032 0. 043		_	20 0. 193 0. 160	20 0. 193 0. 160 0. 006	 0. 006
(%) O. 1 ル町以下 (%) モード係 (出助) メジアン係 (出助) ボジアン係 (出助) 研磨試験結果 中心鏡平均恒	15 0. 155 0. 148	71 0. 041 0. 061	20 0, 193 0, 160	66 0. 028 0. 048	65 0. 039 0. 067	37 0, 066 0, 172	86 0. 032 0. 043	×	_	20 0. 193 0. 160	20 0. 193 0. 160	1 1 1

*: 24時間折磨しても基板の厚さに変化がない。

[0089]

【表5】

	実施例	実施例	実施例 12	実庭例 13	実庭例 14	実施例 15	実庭例 16	比較例 4	实施例 17	実施例 18	比較例 5
加工压力。	11B	118	118	118	118	118	118	118	118	118	118
(g/cm²) 抵稅濃度	0	0	. 0	0	0	0	0	0	4	8	20
(重量%) 研磨速度 (µm/8時間)	3. 0	3. 5	3, 0	3. 0	3, 0	2.5	3. 5	<1	5. 0	7. 0	3. 0

【0090】また、研磨試験により研磨された基板につき、さらに被研磨材料表面の研磨面を微細に微細に観察するために、上記記載の原子間力顕微鏡(AFM)による表面和さの測定を実施したところ、表6及び図5の結果を得た。さらに、上記記載の面だれの測定により、被研磨材料を観察し、図8の結果を得た。

[0091]

【表6】

計型四十五	10	比較例
中心線平均粗さ(Ra) (nm)	0. 151	0. 397

【0092】実施例11

表3に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、実施例1と同様の操作を実施して、研磨用成形体を得、これを実施例1と同様の方法により評価し、表4、5に示した。

【0093】実施例12

表3に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、実施例4と同様の操作を実施して、研磨用成形体を得、これを実施例1と同様の方法により評価し、表4、5に示した。

【0094】実施例13

表3に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、実施例5と同様の操作を実施して、研磨用成

形体を得、これを実施例1と同様の方法により評価し、 表4、5に示した。

【0095】実施例14

表3に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、実施例8と同様の操作を実施して、研磨用成形体を得、これを実施例1と同様の方法により評価し、表4、5に示した。

【0096】実施例15

表3に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、実施例6と同様の操作を実施してシリカ成形体を得た。これを実施例9と同様の操作を実施して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表4、5に示した。

【0097】実施例16

表3に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、実施例10と同様の操作を実施して、研磨用成形体を得、これを実施例1と同様の方法により評価し、表4、5に示した。

【0098】比較例3

表3に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、比較例1と同様の操作を実施して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表4、5には得られた結果として、成形体のかさ密度、BET比表面積、細孔容積の測定値と、得られた成形体による研磨試験結果、耐久性試験結果を示す。

【0099】比較例4

スウエード系ボリッシングパッド (フジミインコーポレーテッド製、SURFIN 018-3)を高速レンズ 研磨装置の回転定盤 (直径360mm) に貼付し、定盤 回転数100rpm、定盤への被研磨材料の所定の加工圧力のもとで、被研磨材料としてタンタル酸リチウムを用い、研磨液として水酸化カリウム水溶液 (pH=12)を用いて、研磨液を100m1/分の速度で滴下して循環使用しながら研磨した。表4、5には得られた結果として、表面積度等の測定結果を示す。特にこの場合には研磨速度が極めて遅かった。

【〇1〇〇】実施例17

表3に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、実施例12と同様の操作を実施して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表4、5に示した。

【0101】実施例18

表3に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、実施例12と同様の操作を実施して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表4、5に示した。

【0102】比較例5

スウエード系ボリッシングパッド(フジミインコーボレーテッド製、SURFIN 018-3)を高速レンズ研磨装置の回転定盤(直径360mm)に貼付し、定盤回転数100rpm、定盤への被研磨材料の所定の加工圧力のもとで、被研磨材料としてタンタル酸リチウムを用い、市販コロイダルシリカ(フジミインコーボレーテッド製、COMPOL80)をシリカ(二酸化珪素)含有量20重量%となるように調製した研磨液(液温:25℃、pH=12)を用いて、研磨液を100ml/分の速度で滴下して循環使用しながら、表5に示される条件にて研磨した。表4、5には得られた結果として、表面精度等の測定結果を示す。

【0103】また、研磨試験により研磨された基板につき、さらに被研磨材料表面の研磨面を微細に微細に観察するために、上記記載の原子間力顕微鏡(AFM)による表面祖さの測定を実施したところ、表6及び図6の結

果を得た。さらに、上記記載の面だれの測定により、被研磨材料を観察し、図9の結果を得た。

【0104】以上の実施例10~18と、比較例3~5の結果から、本発明の研磨用成形体を用いて研磨を実施することで、研磨加工に適用できる研磨用成形体が得られ、しかも実施例17、18に見られるように遵証低粒を用いた場合にも少量の遊離砥粒含有量で従来の研磨方法により得られるものと同程度の被研磨材料の表面精度であり、かつ研磨速度も速くなることが分かった。

【0105】また、実施例10と比較例5の結果である図5、図6及び表6において、研磨試験により得られた被研磨材料の研磨而を微細に比較した場合、従来の方法である研磨布を用いて研磨した比較例5によるものでは凹凸の起伏が大きく、表面粗さについても高い数値であるのに対して、実施例10において本発明の研磨用成形体が組み込まれた研磨用定盤にて研磨した被研磨材料の研磨而は、その表面が均一に研磨できており、表面粗きについても比較例と比べて低い数値であり、仕上がりが優れていることが分かる。

【0106】さらに、実施例10と比較例5の結果である図8と図9、及び研磨前の被研磨材料の状態を示す図7を比較すると、実施例10では研磨前の被研磨材料と同様の形状を維持し、研磨面の端部まで正確に研磨できているのに対し、比較例5では研磨前の端部も過度に研磨され、いわゆる面だれが生じている。すなわち、実施例10の研磨用成形体を用いた研磨によれば、正確に研磨でき、仕上がりが優れていることが分かる。

【0107】実施例19

各グループの研磨用成形体を以下のように作製して上記 記載の研磨試験等の評価を行なった。

【0108】(グループIの成形体)表7のIに示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、実施例4と同様の操作を実施して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表8に示した

【0109】 【表7】

		実施	<i>IB</i> 110	実施	Ø120	実施	क्या २ १	実施	例22	実施	例23	比較例
	4-20-0	75/15		75//5	I	7 7 7	Ш	ī	II	Ī		6
評価								- 4	95	96	96	99
シリカ含係	(重量%)	93	94	96	96	93	93	93		_		
不純物	水分	5	6	5	5	7	7_	7	5	5	5	
1	Iguz	5. 8	4. 9	3	3	5.8	5. 8	5. 8	5. 8	3	3	
	Al ₂ O ₃	0. 52	0. 55	0. 44	0. 44	0. 48	0. 48	0. 61	0. 52	0. 44	0. 44	
1	Fc ₂ O ₃	0. 05	0. 04	0. 05	0. 05	0, 06	0. 06	0. 04	0. 05	0.05	0, 05	0. 0002
	TiO _z	0.08	0. 09	0. 07	0. 07	0. 08	0. 06	0. 07	0. 08	0. 07	0. 07	
	CaO	0. 02	0. 02	0. 02	0. 02	0. 02	0. 02	0. 02	0. 02	0. 02	0. 02	
ļ	MgO	0. 01	0. 01	0. 01	0. 01	0. 01	0. 01	0, 01	0. 01	0.01	0. 01	
i i	Na,0	0. 43	0. 41	0. 38	0. 38	0. 53	0. 53	0. 48	0. 43	0. 38	0. 38	
粉末かさ密	-	80	70	40	40	25	25	52	80	40	40	. 55
	2	37	159	172	172	227	227	132	37	172	172	202
DET比表面的 平均粒子的		5, 2	26. 2		6. 1	7. 1	7. 1	6. 2	5. 2	6. 1	6. 1	46. 6

【表8】

		H-5	110 400	miss 1	與施	08171	the last	Ø122	尘煽	例23	比較例	比較例
		69 19	31/R	例20 II	1 72//3	II II	75/15	II I	- ^ "	L	6	7
かさ密度 (g/cm³)	0. 71	Q. 38	1. 04	0. 35	1. 16	0. 28	0. 81	0. 60	0. 73	0. 44	1. 78	_
DETILEMINA (m²/g)	23	138	31	123	12	176	51	25	55	96	2	
(110) 本品類 1.16	0. 111	0. 022	0. 088	0. 053	0. 227	D. 915	0. 053	0. 109	0. 05	0. 03		
生精強度 (kg/cn ²)	125	57	356	4	348	3	177	46	105	15	-	
積型銀孔容積 (cm³/g)	0. 92	2. 26	0. 50	2, 35	0. 37	3. 14	0. 66	1. 15	0. 91	1. 79	0. 11	
1 /2 即以下 (%)	99	96	96	90	81	84	93	99	98	96		
0. 1 μπΩ F (%)	20	71	65	57	37	49	86	15	77	75	_	
モード径 (パリ)	0. 193	0. 041	0. 039	0. 032	0. 065	0. 018	0. 028	0. 155	0. 045	0. 051	_	
メジアン徒 (μm)	0. 160	0. 061	0. 067	0. 065	0. 172	0. 114	0. 048	0. 148	0. 059	0. 054		
使用回收 (例)	74	39	74	39	74	39	74	39	14	39	113	
矿透试晚結果		5	()			<u> </u>	2		<u> </u>	×	
中心線平均和さ (Ra)	O. 1	008	a.	006	a.	005	0.	006	0.	005	. <u> </u>	0. 006
最大高さ (Rmax)	0.	04	0.	04	0.	04	0.	04	0.	04		0.04
耐久試験結果	9	0	>	•90	>	90	>	90	8	0	>90	

【① 1 1 1】 (グループ 1 1 の成形体) 表7の 1 1 に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、実施例 1 と同様の操作を実施して研磨用成形体を得た。これを前記グループ 1 の場合と同様の方法により評価し、表8に示した。

【0112】実施例20

各グループの研磨用成形体を以下のように作製して上記 研磨試験等の評価を行なった。

【0113】(グループ I の成形体)表7の I に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、実施例8と同様の操作を実施して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表8に示した。

【0114】(グループIIの成形体)表7のIIに示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、圧力30kg/cm²にて油圧プレス機を用いて予備成形した後に32メッシュのステンレス製ふるいにより分級して、成形用の原料粉末とした。これを圧力33kg/cm²にて油圧プレス機を用いてプレス成形してシリカ成形体を得た。これを焼成炉にて700℃で2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表8に示した。

【0115】実施例21

各グループの研磨用成形体を以下のように作製して上記 研磨試験等の評価を行なった。

【0116】(グループ1の成形体) 表7の1に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、実施例9と同様の操作を実施して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表8に示した。

【0117】(グループIIの成形体)表7の「Iに示

す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、圧力100kg/cm²にて油圧プレス機を用いてプレス成形してシリカ成形体を得、これを焼成炉にて700℃で2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表8に示した。

【0118】実施例22

各グループの研磨用成形体を以下のように作製して上記 研磨試験等の評価を行なった。

【0119】(グループIの成形体)表7のIに示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、実施例7と同様の操作を実施して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表8に示した。

【0120】(グループIIの成形体)表7のIIに示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、実施例10と同様の操作を実施して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表8に示した。

【0121】実施例23

各グループの研磨用成形体を以下のように作製して上記 研磨試験等の評価を行なった。

【0122】(グループIの成形体)表7のIに示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、圧力50kg/cm²にて油圧プレス機を用いて予備成形した後に32メッシュのステンレス製ふるいにより分級して、成形用の原料粉末とした。これを圧力100kg/cm²にて油圧プレス機を用いてプレス成形してシリカ成形体を得た。これを焼成炉にて975℃で2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表8に示した。

【0123】(グループ I I の成形体)表7の I I に示

ず特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末にパラフィンワックス(日本精蝋製、SP-0145)を、原料粉末:パラフィンワックス=4:1の体積比で混合した後、150℃に30分間加熱し更に混合し混合粉末とした。これを圧力100kg「c m²にて油圧プレス機を用いてプレス成形してシリカ成形体を得た。これを400℃、1.5kg//c m²、窒素中で加圧脱脂炉を用いて加圧脱脂した後、規成炉にて950℃で2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表8に示した。

【0124】比較例6

表7に示す特性の、湿式法により得た沈降性シリカの原料粉末を、圧力10kg/cm²にて油圧プレス機を用いてプレス成形してシリカ成形体を得、これを焼成炉(モトヤマ製、型式:SUPER-C)にて1300℃で2時間焼成して研磨用成形体を得た。これを実施例1と同様の方法により評価し、表8に示した。

【0125】比較例7

スウエード系ボリッシングバッド(フジミインコーボレーテッド製、SURFIN 018-3)を小型平面研磨装置FPM-30(コパル電子製)の金属製定盤に貼付し、定盤回転数50rpm、定盤への被研磨材料の加工圧力150g/cm²の条件のもとで、被研磨材料としてニオブ酸リチウムを用い、又、研磨剤として市販のコロイダルシリカ(フジミインコーボレーテッド製、COMPOL80)をシリカ(二酸化珪素)含有量10重量%となるように調製した研磨液(液温:30℃、pH=12)を用いて、150ml/時間の速度で滴下して研磨した。表8には得られた結果として、表面精度測定結果を示す。

【0126】以上の実施例19~23と、比較例6、7の結果から、本発明において用いられる研磨用成形体にて研磨を実施することで、研磨加工に適用できる研磨用成形体が得られ、しかも従来の研磨方法により得られるものと同程度の被研磨材料の表面精度であることが分かった。

【0127】<研磨廃液の評価>

実施例24

実施例1で得られた研磨用成形体を用い、研磨試験に記載の方法により研密を実施した。研磨廃液については、生じた廃液の濁度を分光光度計(日本分光製、型式:Ubest-55)を用い、構製水を基準として波長600nmにおける透過率により評価した。その結果を表9に示した。透過率が高い場合は研磨廃液中の遊離砥粒量が少ないことを示し、低い場合は逆に多いことを示す。

[0128]

【表9】

(例番号) (%) 実施例24 実施例1 79 実施例25 实施例2 86 実施例26 実施例3 83 実施例27 実施例4 89 実施例28 失施例5 85 実施例29 実施例6 80 実施例30 实施例7 90 実施例31 实施例8 92 実施例32 実施例9 92 実施例32 実施例10 86 実施例34			
実施例24 実施例2 86 実施例25 实施例2 86 実施例26 实施例3 83 実施例27 実施例3 83 実施例28 実施例5 85 実施例29 実施例6 89 实施例30 实施例7 90 実施例31 实施例8 92 実施例32 実施例9 92 実施例33 実施例10 86 実施例34 実施例12 89 实施例35 实施例12 89 实施例37 实施例15 92 实施例38 实施例15 92 实施例39 实施例16 83 实施例17 22 实施例40 实施例18 12 实施例41 实施例19 87 实施例42 实施例20 90 实施例45 实施例22 89 实施例46 实施例23 87 比較例9 比較例4 98 比較例10 比較例5 1		用いた成形体	透過率
実施例25 実施例2		(例番号)	
実施例25 実施例2 86 実施例26 実施例3 83 実施例27 実施例4 89 実施例28 実施例5 85 実施例29 実施例6 89 実施例30 実施例7 90 実施例31 実施例8 92 実施例32 実施例9 92 実施例33 実施例10 86 実施例34 実施例12 89 実施例35 実施例12 89 実施例36 実施例12 89 実施例37 実施例15 92 実施例38 実施例15 92 実施例39 実施例16 83 実施例17 22 実施例40 実施例17 22 実施例41 実施例18 12 実施例42 実施例20 90 実施例44 実施例21 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例9 比較例4 98 比較例10 比較例5 1	実施例24		
実施例26 実施例3 83 実施例27 実施例4 89 実施例28 実施例5 85 実施例29 実施例6 89 実施例30 実施例7 90 実施例31 実施例8 92 実施例32 実施例9 92 実施例33 実施例10 86 実施例34 実施例12 89 実施例35 実施例12 89 実施例36 実施例13 90 実施例37 実施例15 92 実施例38 実施例15 92 実施例39 実施例15 92 実施例39 実施例17 22 実施例40 実施例18 12 実施例41 実施例18 12 実施例42 実施例20 90 実施例44 実施例21 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例9 比較例4 98 比較例10 比較例5 1		実施例 2	86
実施例27 実施例4 89 実施例28 実施例5 85 実施例29 実施例6 80 実施例30 実施例7 90 実施例31 実施例8 92 実施例32 実施例9 92 実施例33 実施例10 86 実施例34 実施例11 70 実施例35 実施例12 89 実施例36 実施例13 90 実施例37 実施例15 92 実施例39 実施例15 92 実施例39 実施例16 83 実施例40 実施例18 12 実施例41 実施例18 12 実施例42 実施例29 87 実施例44 実施例20 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例9 比較例4 98 比較例10 比較例5 1		実施例3	83
実施例28 実施例5 85 実施例29 実施例6 89 実施例30 実施例7 90 実施例31 実施例8 92 実施例32 実施例9 92 実施例32 実施例9 92 実施例33 実施例10 86 実施例34 実施例11 79 実施例35 実施例12 89 実施例37 実施例14 92 実施例38 実施例15 92 実施例39 実施例16 83 実施例40 実施例17 22 实施例41 実施例18 12 实施例42 实施例19 87 实施例43 实施例20 90 实施例44 实施例21 90 实施例45 实施例22 89 实施例46 実施例23 87 比較例9 比較例1 98 比較例10 比較例5 1			89
実施例29 実施例6 89 実施例30 実施例7 90 実施例31 実施例8 92 実施例32 実施例9 92 実施例32 実施例9 92 実施例32 実施例10 86 実施例34 実施例11 79 実施例35 実施例12 89 実施例37 実施例13 90 実施例38 実施例15 92 実施例39 実施例15 92 実施例39 実施例16 83 実施例40 実施例17 22 实施例41 実施例18 12 实施例42 实施例29 90 实施例44 実施例20 90 实施例45 実施例23 87 比較例8 比較例2 1 比較例9 比較例4 98 比較例10 比較例5 1			85
実施例30 実施例7 90 実施例31 実施例8 92 実施例32 実施例9 92 実施例33 実施例10 86 実施例34 実施例11 79 実施例35 実施例12 89 実施例36 実施例13 90 実施例37 実施例14 92 実施例38 実施例15 92 実施例39 実施例16 83 実施例40 実施例17 22 实施例41 実施例18 12 実施例42 実施例19 87 実施例43 実施例20 90 実施例44 実施例21 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例8 比較例 2 1 比較例9 比較例 4 98 比較例10 比較例 5 1			89
実施例31 実施例32 実施例9 92 実施例32 実施例9 92 実施例33 実施例10 86 実施例34 実施例11 79 実施例35 実施例12 89 実施例36 実施例13 90 実施例37 実施例14 92 実施例38 実施例15 92 実施例39 実施例16 83 実施例40 実施例17 22 实施例41 実施例18 12 実施例42 実施例19 87 実施例43 実施例20 90 実施例44 実施例21 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例8 比較例 2 1 比較例9 比較例 5 1			90
実施例32 実施例3 実施例10 86 実施例34 実施例10 79 実施例34 実施例11 79 実施例35 実施例12 89 実施例36 実施例13 90 実施例37 実施例14 92 実施例38 実施例15 92 実施例39 実施例16 83 実施例40 実施例17 22 实施例41 実施例18 12 実施例42 実施例19 87 実施例43 実施例20 90 実施例44 実施例21 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例9 比較例 2 1 比較例9 比較例 5 1			92
実施例33 実施例10 86 実施例34 実施例11 79 実施例35 実施例12 89 実施例36 実施例13 90 実施例37 実施例15 92 実施例38 実施例15 92 実施例39 実施例16 83 実施例40 実施例17 22 实施例41 実施例18 12 実施例42 実施例19 87 実施例43 実施例20 90 実施例44 実施例21 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例8 比較例 2 1 比較例9 比較例 4 98 比較例10 比較例 5 1			92
実施例34 実施例11 79 実施例35 実施例12 89 実施例36 実施例13 90 実施例37 実施例15 92 実施例38 実施例15 92 実施例39 実施例16 83 実施例40 実施例17 22 実施例41 実施例18 12 実施例42 実施例19 87 実施例43 実施例20 90 実施例44 実施例21 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例8 比較例 2 1 比較例9 比較例 4 98 比較例10 比較例 5 1			86
実施例35 実施例12 89 実施例36 実施例13 90 実施例37 実施例14 92 実施例38 実施例15 92 実施例39 実施例16 83 実施例40 実施例17 22 実施例41 実施例18 12 実施例42 実施例19 87 実施例43 実施例20 90 実施例44 実施例21 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例8 比較例 2 1 比較例9 比較例 4 98 比較例10 比較例 5 1			79
実施例36 実施例13 90 実施例37 実施例14 92 実施例38 実施例15 92 実施例39 実施例16 83 実施例40 実施例17 22 実施例41 実施例18 12 実施例42 実施例19 87 実施例43 実施例20 90 実施例44 実施例21 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例8 比較例 2 1 比較例9 比較例 4 98 比較例10 比較例 5 1			89
実施例37 実施例14 92 実施例38 実施例15 92 実施例39 実施例16 83 実施例40 実施例17 22 实施例41 実施例18 12 実施例42 実施例19 87 実施例43 実施例20 90 実施例44 実施例21 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例8 比較例 2 1 比較例9 比較例 4 98 比較例10 比較例 5 1			90
実施例38 実施例15 92 実施例39 実施例16 83 実施例40 実施例17 22 实施例41 実施例18 12 実施例42 実施例19 87 実施例43 実施例20 90 実施例44 実施例21 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例8 比較例 2 1 比較例9 比較例 4 98 比較例10 比較例 5 1			92
実施例39 実施例16 83 実施例40 実施例17 22 实施例41 実施例18 12 実施例42 実施例19 87 実施例43 実施例20 90 実施例44 実施例21 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例8 比較例 2 1 比較例9 比較例 4 98 比較例10 比較例 5 1			92
実施例40 実施例17 22 实施例41 実施例18 12 実施例42 実施例19 87 実施例43 実施例20 90 実施例44 実施例21 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例8 比較例 2 1 比較例9 比較例 4 98 比較例10 比較例 5 1			83
实施例41 実施例18 12 実施例42 実施例19 87 実施例43 実施例20 90 実施例44 実施例21 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例8 比較例 2 1 比較例9 比較例 4 98 比較例10 比較例 5 1			
実施例42 実施例19 87 実施例43 実施例20 90 実施例44 実施例21 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例8 比較例2 1 比較例9 比較例4 98 比較例10 比較例5 1			12
実施例43 実施例20 90 実施例44 実施例21 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例8 比較例2 1 比較例9 比較例4 98 比較例10 比較例5 1			87
実施例44 実施例21 90 実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例8 比較例 2 1 比較例9 比較例 4 98 比較例10 比較例 5 1			90
実施例45 実施例22 89 実施例46 実施例23 87 比較例8 比較例 2 1 比較例9 比較例 4 98 比較例10 比較例 5 1			90
実施例46 実施例23 87 比較例8 比較例2 1 比較例9 比較例4 98 比較例10 比較例5 1			
比較例8 比較例2 1 比較例9 比較例4 98 比較例10 比較例5 1			87
比較例9 比較例4 98 比較例10 比較例5 1			1
比較例10 比較例5			98
比較例11 比較例7 1			1

【0129】実施例25~46

表9に示すように、各実施例で得た研磨用成形体を上記 記載の方法により研磨を実施し、さらに実施例24と同 じ方法により研磨廃液を評価し、まとめて表9に示し た。

【0130】比較例8~11

表9に示すように、各比較例で実施したのと同じ方法により研磨を実施し、さらに、実施例24と同じ方法により研磨廃液を評価し、まとめて表9に示した。

【0131】以上の実施例24~46と、比較例8~1 1の結果から、本発明の研磨用定盤を用いて研磨を実施することで、研磨廃液の透過率は従来の方法よりも高く、研磨廃液中の遊離砥粒量が極めて少ないことを示しており、遊離砥粒を未使用の場合はもちろん、遊離砥粒を使用した場合にもシリカ含有量がパッドの場合よりも少量で同等の研磨速度を得ることができるので研磨加工プロセスにおいて廃液処理への負担が極めて小さくなることが分かる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の研磨用定盤における研磨用成形体(円柱状)の配置外観図の1例である。

【図2】本発明の研磨用定盤における研磨用成形体(角柱状)の配置外観図の1例である。

【図3】本発明の研磨用定盤における研磨用成形体(円柱状)の配置外観図の1例であり、図1を改変したものである。

【図4】本発明の研磨用定盤における研磨用成形体(角柱状)の配置外視図の1例であり、図2を改変したものである。

【図5】実施例10の研磨試験により得られたタンタル酸リチウム基板表面の原子間力顕微鏡による結果を模写したものである。

【図6】比較例5の研磨試験により得られたタンタル酸 リチウム基板表面の原子間力顕微鏡による結果を模写し たものである。

【図7】研磨前のタンタル酸リチウム基板を破断した際の走香型電子顕微鏡写真をもとに模写したものである。

【図8】実施例10の研磨試験により得られたタンタル 酸リチウム基板を破断した際の走査型電子顕微鏡写真を もとに模写したものである。

【図9】比較例5の研磨試験により得られたタンタル酸リチウム基板を破断した際の走査型電子顕微鏡写真をもとに模写したものである。

【符号の説明】

1、7:金属製定盤であり、1は図1の、7は図2のも のである。

2~6:図1における円柱状の大きさの異なる研磨用成 形体

8:図2における角柱状の研磨用成形体

9、20:金属製定盤であり、9は図3の、20は図4

のものである。

10~14:図3において、グループIの特性を有する 大きさの異なる円柱状の研磨用成形体であり、図におい て黒で塗りつぶされた図形である。

15~19:図3において、グループ11の特性を有する大きさの異なる円柱状の研磨用成形体であり、図において白の図形である。

21:図4において、グループ1の特性を有する角柱状の研磨用成形体であり、図において黒で塗りつぶされた図形である。

22:図4において、グループIIの特性を有する角柱 状の研磨用成形体であり、図において白の図形である。

23:図7において、破断面である。

24: 図7において、基板端部である。

25:図7において、研磨側の面(未研磨)である。

26:図8において、破断面である。

27:図8において、基板端部である。

28:図8において、研磨面である。

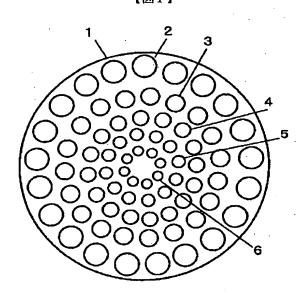
29:図9において、破断面である。

30:図9において、基板端部の面ダレ部分である。

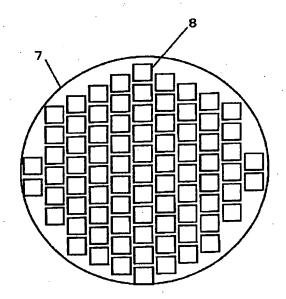
31:図9において、研磨面である。

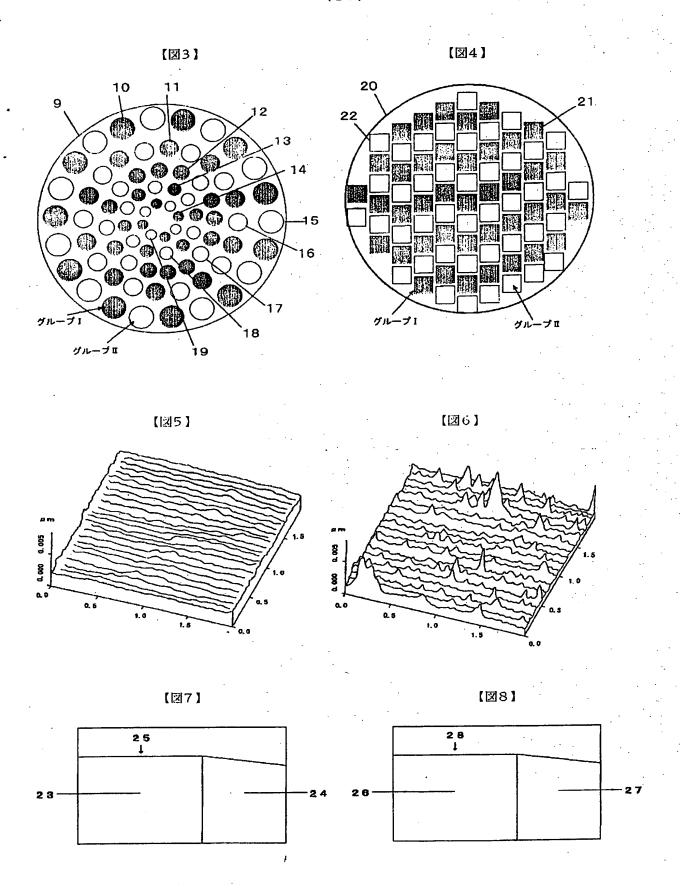
【発明の効果】本発明によれば、研磨加工プロセス中に 従来法で見られた遊離砥粒を大量に含有する研磨廃液を 生じることがなく、従来法と同程度以上に良好にシリコ ンウエハー、酸化物基板等の基板材料等を研磨加工する ことができ、また研磨処理における研磨用成形体の耐久 性もあるため、研磨加工プロセスに有用である。

[図1]



【図2】





【図9】

